

Application of Microwave Extraction for the Quantitative Analysis of Sulfur in Carrier Tape

김도환* · 김정수 · 지용주 · 정재선 · 손창만
한솔제지(주) 기술연구소

1. 서 론

종이 제품은 펄프에 다양한 화학 약품을 첨가하여 제조하기 때문에 제품의 품질에 영향을 많이 미칠 수 있는 여러 가지 화학성분이 존재한다. 반도체 칩이나 콘덴서 포장에 이용되는 캐리어 테이프(Carrier tape)의 경우에는 황 성분이 제품의 특성을 결정하는 주요 성분으로 작용한다. 즉, 캐리어 테이프에 황 성분이 존재하면 칩이나 콘덴서의 부식을 촉발하기 때문이다. 따라서, 캐리어 테이프 수요처에선 보다 엄격한 황 함량 관리를 요구하고 있다. 캐리어 테이프 내의 황 성분은 공정에 투입되는 alum과 천연펄프 내에 함유된 황 성분에서 주로 유래하는 것으로 알려져 있다. 1)

종이 제품의 황 성분은 TAPPI method T468에 따라서 끓는 물로 환류(reflux)하여 황 성분을 용출한 후에 정량 분석을 하도록 규정되어 있다. 2) 그러나 캐리어 테이프처럼 사이징이 많이 되어 있는 종이 제품의 경우에 있어서는 황 성분을 용출하는데 많은 시간이 소요될 뿐만 아니라 재현성이 낮았다. 따라서, 고속 초지기의 경우 기존의 reflux 방법을 통한 분석은 분석 결과를 통한 품질 판정에 과도한 시간이 소요되어 적용하기에 어려움이 있었다. 최근에 고체 시료상으로부터 원하는 성분을 재현성 있고 빠른 시간 내에 용출할 수 있는 microwave 추출법이 많이 보고 되고 있다. 3)

Microwave 추출은 2450 MHz의 microwave를 이용하여, 시료를 가열하면서 추출하는 방법이다. Microwave의 에너지는 분자의 회전 운동 및 이온의 mobility 증가에 해당한다. 4) 고체상 시료에서 분석하고자 하는 이온 성분을 물로 추출할 때, 시료 전체에 대하여 균일하게 가열할 수 있을 뿐 아니라, 분석하고자 하는 이온의 mobility 증가에 따라서, 기존의 reflux 방법에 비해 빠른 시간내에 균일한 추출 효과를 거둘 수 있다고 생각된다.

따라서 본 연구에서는 캐리어 테이프의 황 성분 분석을 위한 용출방법으로 reflux 방법

과 microwave 추출 방법의 장단점을 비교 검토하고, 캐리어 테이프 내의 황 성분 정량을 위한 최적 분석 조건에 관하여 연구하였다.

2. 재료 및 방법

TAPPI method T468에 규정된 종이 샘플 방법에 따라 캐리어 테이프 시료를 준비하였다. 캐리어 테이프는 105 °C 오븐에서 건조된 시료를 1 cm × 1 cm 크기로 잘랐다.

Reflux 추출법에서는 위의 시료에 대하여 100 °C에서 250 ml의 물에서 reflux 하였다. 시간에 따른 sulfate 성분의 용출 정도를 파악하기 위해 매시간대별로 일정량의 시료를 취하였다. 동일한 시료에 대하여 microwave 추출 방법에 따라 전처리하였다. Microwave 전처리는 CEM사의 MARS-5X를 사용하여 Green Chem vessel에서 실시하였다. 각각의 vessel은 최대 100 W의 microwave power가 공급되도록 하였으며, microwave power의 조절은 vessel의 온도 및 압력 조건에 의해서 결정되도록 하였다. 초기 설정 조건은 온도 100 °C 및 압력 150 psi였다. 전처리를 통하여 용출된 황 성분은 Dionex DX-500 Ion chromatography를 사용하여 정량하였다.

3. 결과 및 고찰

균일한 microwave 추출 조건을 위해 조절 가능한 변수는 온도, 압력, 시간, 시료량 등이다. 본 실험에서는 일정한 온도 및 압력을 유지하도록 microwave 추출 시스템 (MES)의 기기적 변수를 설정하였다. 이에 따라 microwave power가 계속적으로 조절되었다.

반응시간 동안 추출계 내의 압력은 10 psi 이하로 유지되었는데, microwave digestion (MDS)를 사용한 산분해에 비해 낮은 압력 조건이었다. 이는 산분해시엔 CO₂, SO₂ 등의 분해 기체가 발생하는 반면, 본 실험의 추출 과정에선 끓는 점에서의 물의 증기압 만이 증가하기 때문인 것으로 판단된다. 따라서, 주된 microwave power의 제어 요소가 700 psi 이상의 압력인 MDS에 비해 MES에선 100 °C 이상의 온도 조건이었다. Microwave 추출을 통한 전처리법은 Fig. 1과 같이 40분만에 일정한 추출값을 나타냈으며, 40분 이후에는 거의 일정한 값을 나타내고 있다. 그에 비해 reflux를 통한 sulfate 성분 추출법은 아래 Fig. 2와 같이 2시간 이후에 어느정도 균일한 측정값을 나타내며, 이 값은 MES를 통하여 40분 이상 추출했을 때에 비해 다소 낮은 값이었다, 이에 따라 기존 reflux 방법 적용시 2시간 이상 소요되는 전처리 시간을 MES를 사용해서 40분 이내로 단축되는 것으로 나타났다.

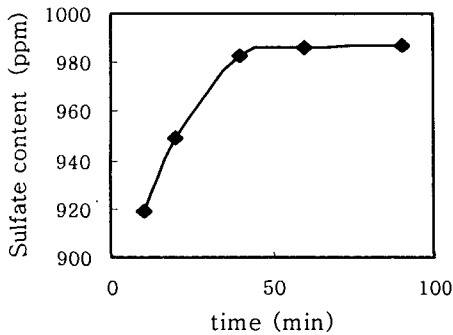


Fig. 1. MES 시간에 따른 캐리어테이프 내의 sulfate 함량 측정값

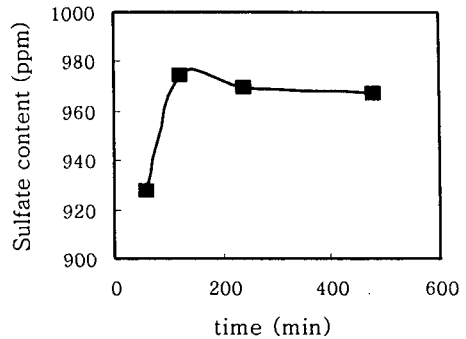


Fig. 2. Reflux 시간에 따른 캐리어테이프 내의 sulfate 함량 측정값

Reflux 추출법에 비해 MES 전처리법이 sulfate 성분에 대한 회수율이 높은 것은 microwave에 의한 균일한 가열을 통해서, 종이 시료 내의 sulfate 성분이 용출될 수 있기 때문인 것으로 추정된다. Reflux 방법은 heating되는 면으로부터 전체 용액으로 열의 대류를 통해서 온도가 상승되므로, 부분적인 온도 불균일 효과가 나타날 수 있지만, microwave에 의한 추출은 물분자의 회전 운동에 따라 전체적으로 균일한 이온성분의 용출을 기대할 수 있다.

MES 운용조건을 최적화시키기 위해 시료 농도를 변화시키면서 추출된 sulfate 함량은 Fig. 3과 같다.

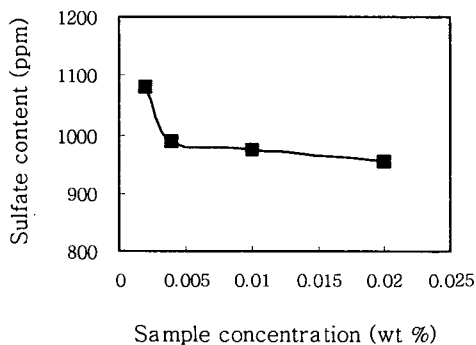


Fig. 3. Microwave 추출시 시료 농도에 따른 캐리어테이프내의 sulfate 함량 측정값

시료 농도가 낮아질수록 많은 양의 sulfate 성분이 용출되는 것을 알 수 있다. 농도가 낮아질수록 시료 표면이 물과 더 많이 접촉될 수 있으므로, 물에 녹는 sulfate 성분이 더 많이 용출되는 것으로 보인다. 그러나, 시료량이 너무 적으면, 지나친 희석으로 인한 오차 요인이 증가할 것으로 판단된다.

4. 결 론

기존의 reflux 용출법을 대체하는 microwave extraction 방법을 캐리어테이프에 대하여 적용한 결과, 빠른 시간내에 전처리를 완료할 수 있는 것으로 확인되었다. 상대적으로 시료의 농도를 낮추었을 때, 높은 수치가 얻어지는 것으로 확인되었다.

인용 문헌

1. J.S. Kim, D.H. Kim, S.J. Lee, Y.J. Jee, Determination of sulfur in carrier tape by microwave digestion and ICP-AES, 2001, 대한화학회 추계 학술발표회.
2. B.L.Browning, "Analysis of paper", Marcel Dekker, New York, 1977, 191-198.
3. S.Jayaraman, R.J.Pruell, R.McKinney, Extraction of organic contaminants from marine sediments and tissues using microwave energy, *Chemosphere*, 2001, 44, 181-191.
4. J.R.Jocelyn Pare, J.M.R.Belanger, Microwave-Assisted Process : A new tool for the analytical laboratory, *Trends in analytical chemistry*, 1994, 13, 176-184.